VECTOR 22 FTIR

傅里叶变换红外光谱操作使用说明书

注意事项:

1. 保持测试环境的干燥和清洁。
2. 不可在计算机上进行与实验无关的操作。
3. 拷贝数据请使用新软盘。
4. 认真填写实验记录。
5. 相关论文发表后，请送一份复印件给中级仪器实验室。

北京大学化学学院中级仪器实验室

VECTOR 22 FTIR 光谱仪操作手册

一. 红外光谱基本原理

红外光谱（Infrared Spectrometry，IR）又称为振动转动光谱，是一种分子吸收光谱。当分子受到红外光的辐射，产生振动能级(同时伴随转动能级)的跃迁，在振动（转动）时伴有偶极矩改变者就吸收红外光子，形成红外吸收光谱。用红外光谱法可进行物质的定性和定量分析（以定性分析为主），从分子的特征吸收可以鉴定化合物的分子结构。

傅里叶变换红外光谱仪（简称 FTIR）和其它类型红外光谱仪一样，都是用来获得物质的红外吸收光谱，但测定原理有所不同。在色散型红外光谱仪中，光源发出的光先照射试样，而后再经分光器（光栅或棱镜）分成单色光，由检测器检测后获得吸收光谱。但在傅里叶变换红外光谱仪中，首先是把光源发出的光经迈克尔逊干涉仪变成干涉光，再让干涉光照射样品，经检测器获得干涉图，由计算机把干涉图进行傅里叶变换而得到吸收光谱。

红外光谱根据不同的波数范围分为近红外区（13330—4000 cm^{-1}）、中红外区（4000-650 cm^{-1}）和远红外区（650-10 cm^{-1}）。VECTOR22 VECTOR22 FTIR光谱仪提供中红外区的分测试。

二. 试样的制备

1. 对试样的要求

(1)试样应是单一组分的纯物质

(2)试样中不应含有游离水

(3)试样的浓度或测试厚度应合适

2. 制样方法

(1) 气态试样

使用气体池，先将池内空气抽走，然后吸入待测气体试样。

(2) 液体试样

常用的方法有液膜法和液体池法。

<u>液膜法：</u>

沸点较高的试样，可直接滴在两片 KBr 盐片之间形成液膜进行测试。取两片 KBr 盐片，用丙酮棉花清洗其表面并晾干。在一盐片上滴 1 滴试样，另一盐片压于其上，装入到可拆式液体样品测试架中进行测定。扫描完毕，取出盐片，用丙酮棉花清洁干净后，放回保干器内保存。粘度大的试样可直接涂在一片盐片上测定。也可以用 KBr 粉末压制成锭片来替代盐片。

- 注意

盐片易吸水，取盐片时需戴上指套。

盐片装入液体样品测试架后，螺丝不宜拧得过紧，以免压碎盐片。

<u>液体池法：</u>

沸点较低、挥发性较大的试样或粘度小且流动性较大的高沸点样品，可以注入封闭液体池中进行测试，液层厚度一般为 0.01-1mm。一些吸收很强的纯液体样品，如果在减小液体池测试厚度后仍得不到好的图谱，可配成溶液测试。液体池要及时清洗干净，不使其被污染。

(3) 固体试样

常用的方法有压片法、石蜡糊法和薄膜法。

压片法：

一般红外测定用的锭片为直径 13mm、厚度约 1mm左右的小片。取样品（约 1mg）与干燥的KBr（约 200mg）在玛瑙研钵中混和均匀，充分研磨后（使颗粒达到约 2μm），将混合物均匀地放入固体压片模具的顶模和底模之间，然后把模具放入压力机中，在 8T/cm^{2}左右的压力下保持 1－2 分钟即可得到透明或均匀半透明的锭片。取出锭片，装入固体样品测试架中。

- 注意

溴化钾对钢制模具表面的腐蚀性很大，模具用后须及时清洗干净，然后放入保干器中。

易吸水、潮解的样品不宜用压片法制样。

模具放入压力机内后，应先拧动顶阀，使压杆接近模具，然后关闭放气阀。小幅度扳动扳手，使压力达到 8T/ cm^2，保持 1－2 分钟。打开放气阀时，旋转幅度不要超过 30^0!!

- 小技巧

对于难研磨样品，可先将其溶于几滴挥发性溶剂中再与溴化钾粉末混合成糊状，然后研磨至溶剂挥发完全，也可在红外灯下赶走残留溶剂。

对于弹性样品如橡胶，可用低温（－40℃）使其变脆，再与溴化钾粉末混合研磨。

石蜡糊法：

将干燥处理后的试样研细，与液体石蜡或全氟代烃混合，调成糊状，夹在盐片中测试。

薄膜法：

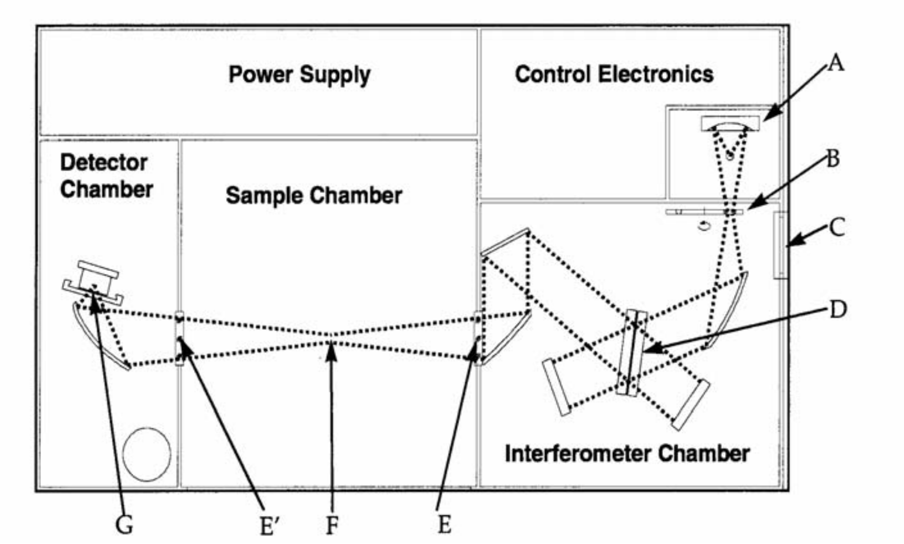
固体样品制成薄膜进行测定可以避免基质或溶剂对样品光谱的干扰，薄膜的厚度为10-30μm，且厚薄均匀。薄膜法主要用于高分子化合物的测定，对于一些低熔点的低分子化合物也可应用。可将它们直接加热熔融后涂制或压制成膜，也可将试样溶解在低沸点的易挥发溶剂中，涂到盐片上，待溶剂挥发后成膜来测定。

三．　中红外区透光材料

材料名称	化学组成	透光范围(cm^{-1})	水中溶解度（g/100mL）	折射率
氯化钠	NaCl	5000-625	35.7	1.54
溴化钾	KBr	5000-400	53.5	1.56
碘化銫	CsI	5000-165	44.0	1.79
KRS－5	TlBr, TlI	5000-250	0.02	2.37
氯化银	AgCl	5000-435	不溶	2.0
溴化银	AgBr	5000-285	不溶	2.2
氟化钡	BaF2	5000-830	0.17	1.46
氟化钙	CaF2	5000-1100	0.0016	1.43
硫化锌	ZnS	5000-710	不溶	2.2
硒化锌	ZnSe	5000-500	不溶	2.4
金刚石（Ⅱ）	C	3400-2700;1650-600	不溶	2.42
锗	Ge	5000-430	不溶	4.0
硅	Si	5000-600	不溶	3.4

四. VECTOR 22 FTIR 光谱仪简介

VECTOR 22 FTIR 光谱仪由瑞士 Bruker 公司制造。由光学台、计算机、打印机组成。
光谱范围：7500－370 cm^{-1}
分辨率：1cm^{-1}
信噪比：5500：1
波数精度：0.01cm^{-1}
红外光源：Globar（高强度空气冷却光源）
干涉仪：迈尔逊干涉仪（30°入射Rocksolid专利技术）
分束器：KBr 上镀锗
检测器：DTGS（氘代硫酸三肽）



VECTOR 22 FTIR 光学台光路示意图
A－红外光源 B－孔径/薄膜轮 C－出口 D－光束分裂器
E.E'-窗口 F-样品支架 G-检测器

使用红外光谱仪时应注意保持室内清洁、干燥，不要震动光学台，取、放样品时,样品盖应轻开轻闭。若改变测试参数，请做记录，测试完毕应复原。另外，眼睛不要注视氦-氖激光，以免受到伤害。

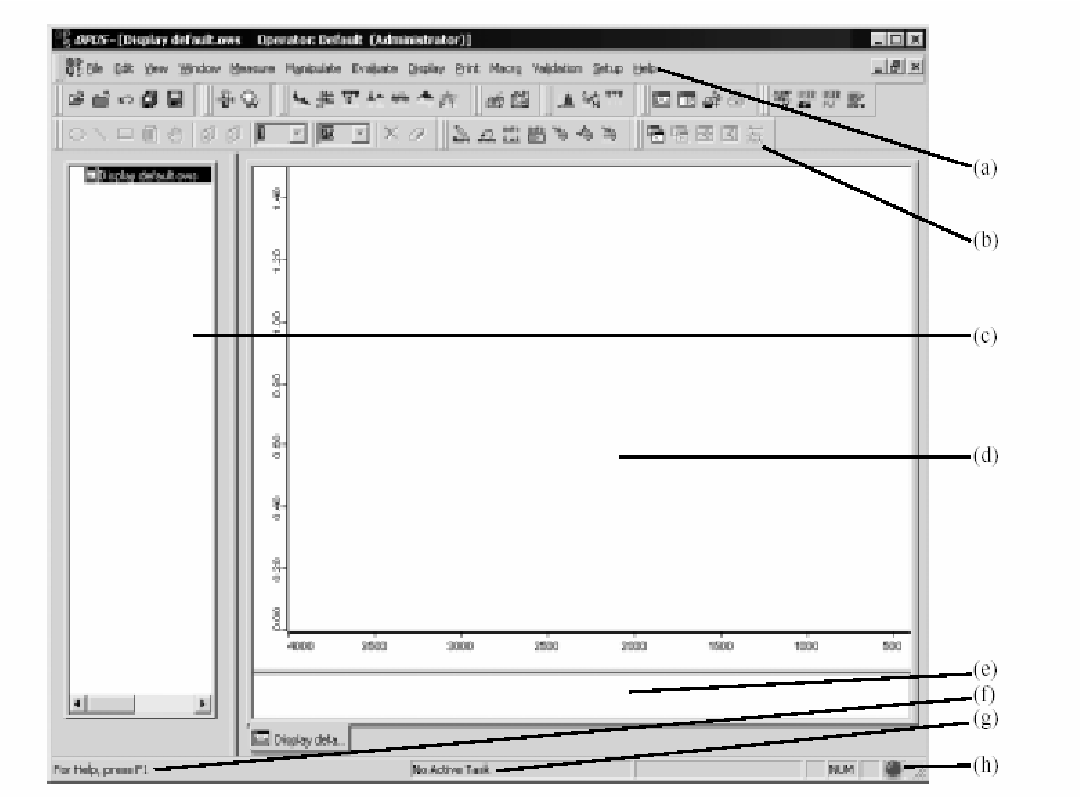
五.　VECTOR 22 FTIR 光谱仪操作及软件应用

（一） 开机、关机

开机：.光学台 ON
.计算机 ON （本计算机未设置密码）
.左双击 OPUS 快捷键
.输入密码： OPUS（大写字母）
.User ID ：选择 Administrator
.Assigned Workspaces： 不要修改
.单击 Login
.左击 OK，进入 OPUS 用户界面窗口（如下图）

关机: .关闭计算机各窗口后，关闭计算机
.光学台 OFF

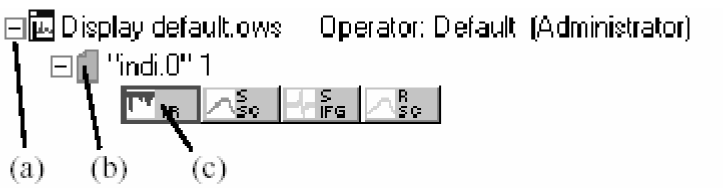
（二）OPUS 用户界面介绍



(a) OPUS 软件所有功能的下拉菜单。
(b) 常用功能的快捷图标。
(c) OPUS 文件管理窗口，与Windows 浏览窗口相似。
(d) 谱图显示窗口。
(e) 概貌窗口，总是显示所选数据文件的整个频率范围的谱图。
(f) 在线帮助。
(g) 状态条显示后台运行的任务。
(h) 仪器状态指示。

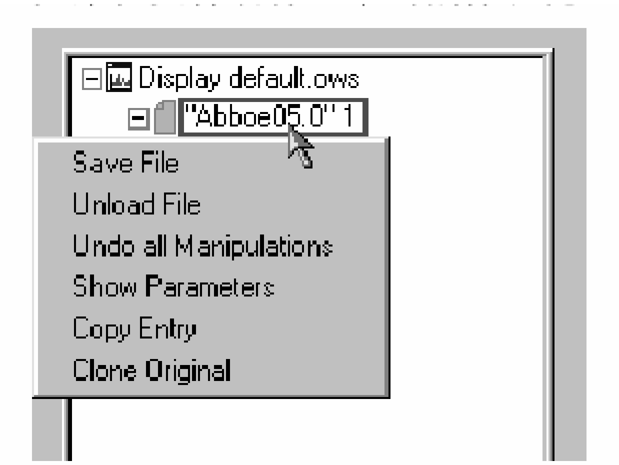
1. OPUS 浏览窗口

测量完成后产生的文件或打开的OPUS 文件时，其文件名、数据块和文件状态信息显示在浏览窗口（屏幕左侧）。光标放在文件名上，将显示数据的完整路径；光标放在数据块上，显示操作者姓名、样品名与样品形态。



（a）单击可以缩小相应的谱图窗口。
（b）蓝色表示此文件未经处理。文件名后面的数字，为该文件的拷贝数。
（c）随文件所保存的所有数据块。图中图标表示有一个透过率光谱、一个单通道光谱、一个干涉图和一个单通道背景光谱。如果数据块有颜色，表明相应谱图正显示在图谱窗口。

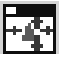
在文件名上单击鼠标右键，弹出文件操作菜单：



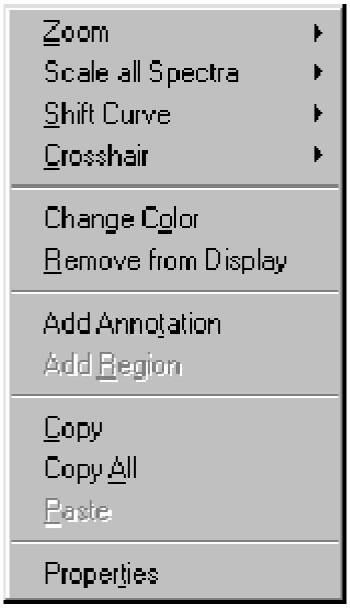
Save File：　　对文件的任何处理不会自动保存到文件里。需点击Save File加以保存。
Unload File：　　关闭文件。
Undo all Manipulations：　撤销对文件的所有处理。
Show Parameters：　　显示该文件相应的参数和信息。
Copy Entry：　　拷贝整个文件，包括所作的处理。
Clone Original：　　仅拷贝原始文件。

2. OPUS 谱图窗口

谱图窗口是在OPUS 用户界面的右边。当测量完成或文件调入后将会显示谱图。

默认的谱图显示区为4000～400cm^{-1}和0～1.5 吸光度单位。通过Display—Scale All或单击图标  可以显示全谱。

在谱图窗口的谱线上右击鼠标，出现下图所示菜单，可放大缩小谱图、改变谱图的显示范围、添加标注、改变谱线颜色等。在谱图窗口的空白区右击鼠标，出现相似菜单，功能略少。



Zoom In：放大谱图。按住鼠标左键拖动十字光标，框定需要放大的部分后，点击即放大。
从右键菜单中选择：Scale all Spectra / Show Everything(XY)，即可恢复为全尺寸谱图。

Zoom out：缩小谱图。操作方法同上。

Scale all Spectra ---- Show Everything(XY), 全范围显示所有谱图。
Maximize each spectrum(Y)：将每个谱图的Y坐标均最大化显示。

Shift Curve：沿Y轴移动整个谱图或单向放大或缩小谱图。按住鼠标左键拖动谱图即可移动或缩放。单击右键取消此功能。Reset 可还原。

Crosshair: Cursor，十字光标可在图谱区任意移动，显示相应点的X，Y 坐标。
Follow Data，光标仅沿谱线移动，很容易读出光谱上任意点的X，Y 坐标。
右击鼠标取消此功能。

Change Color:改变谱图颜色 。

Remove from Display: 从谱图窗口中去掉该谱图。

Add Annotation: 添加标注。单击谱图会在光标位置填加一个箭头，缺省显示该点的波数。
移动标注：按住鼠标左键拖动标注。
删除标注：在标注上单击鼠标右键，菜单中选择Remove。
编辑标注：在标注上单击鼠标右键，选择Properties。输入或编辑标注。

Properties: 设置谱图的横坐标和纵坐标。

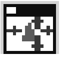
（三）光谱图的测试

测试光谱 Measure→Advanced Measurement

1 在 Basic 页，输入：
操作者姓名、样品名称、样品形态；。
2 在 Advanced 页，输入：
文件名
文件保存路径（此路径统一规定为：D：/DATA/导师姓名/学生姓名/），可输入或调出
分辨率（分辨率设为 4 cm^{-1}，不要修改）
样品扫描次数（Scans）或样品扫描时间（Mimutes）
背景扫描次数（Scans）或样品扫描时间（Mimutes）
光谱测试范围（对中红外仪器，设置范围通常为：4000～400cm^{-1}）
其它选项为常规设置，可以不改
3 另外的六个页面（ 从 optic 至 check signal）不要修改
4 在样品室中放入参比(或以空气作背景)
在 Basic 页，点 Background Single Channel ，测试背景
5 在样品室中放入样品
在 Basic 页，点 Sample Single Channel，测试样品
（注：以上设置的内容可以保存为一个方法文件：点 Save，选择保存路径，输入文件名。文件名的后缀应是.XPM。以后测试时，只要在 Advanced 页点 Load，即可调出。）

（四） 显示谱图

测量完成后产生的文件或打开OPUS 文件后，其文件名、数据块和文件状态信息均显示在浏览窗口（屏幕左侧小窗口）。光标放在文件名上，将显示文件的完整路径；光标放在数据块上，显示操作者姓名、样品名与样品形态。

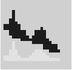
相应图谱显示在谱图窗口（在OPUS 用户界面的右侧窗口）。默认的谱图显示区为4000～400cm^{-1}和0～1.5 吸光度单位。通过Display—Scale All或单击图标  可以显示全谱。

在谱图窗口的谱线上右击鼠标出现菜单，可放大缩小谱图、改变谱图的显示范围、添加标注、改变谱线颜色等。在谱图窗口的空白区右击鼠标，出现相似菜单，功能略少。 具体操作参见本手册第6页的相关介绍。

（五） 谱图处理

在实施各项谱图处理功能时，均有“Select Files”这一页，默认显示目前选中的谱图文件名（在浏览窗口中打上红框的谱图文件）。若要添加文件，可将浏览窗口中所需谱图的数据块（通常为吸收谱数据块或透射谱数据块）选中拖入即可。若要删除文件，选中文件名后，按键盘上的“Delete”键。

1 基线校正 Manipulate → Baseline Correction



选择谱图（可对若干张谱图同时进行基线校正），再选择校正方法和校正点，点Correct。经校正处理后的谱图自动覆盖原谱图。

Scattering Correction：校正后基线基本上落在0或100%处

Rubberband Correction：校正后部分基线不一定落在0或100%处

Exclude CO2 Bands：扣除CO2谱段。选择此项，基线校正时对包含CO2的波段（2400～2275cm^{-1}、680～660cm^{-1}）不予计算。

2 标峰位　Evaluate → Peak picking

选择谱图及需要标峰的谱区，设置灵敏度（峰的阈值），点Peak picking，谱图上将显示峰位。

也可以选择互动模式来标峰：单击interactive mode，拖动阈值滑动条，标峰数量随着阈值的变化而增减，由此可以比较方便地确定合适的阈值。点Store完成标峰。

3 谱图差减 Manipulate → Spectrum Subtraction

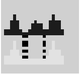
选择被减谱及减谱（减谱可是一个或若干个），选择谱区，点Subtract。得到的差谱将覆盖被减谱。

若选择 Start Interactive Mode，可通过Times和 Changing digit设置不同的系数，
差谱 = 被减谱 – 系数 x 减谱
点Store完成差谱。可分别对几个谱图进行差减。

4 AB <-> TR 转换 Manipulate → AB <-> TR Conversion

透射谱和吸收谱之间互相转换。选择谱图，选择转换方向，点Conversion。新的谱图将覆盖原谱图。

5 产生一段直线 Manipulate → Straight Conversion



产生一段直线命令用于消除谱图中的某些特殊干扰。选择谱图，设置频率范围，点Generate。 谱图中这一段频率范围的谱线成为直线。

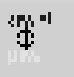
6 平滑 Manipulate →　Smooth

选择谱图，定义平滑点数，单击Smooth。平滑点的可选值为5至25。还可以使用交互模式平滑谱图。

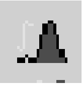
7 求导数 Manipulate → Derivative

选择光谱文件，选取平滑点和求导阶数，单击Process产生导数文件。导数谱显示在原谱图的下方。

可对谱图计算一至五阶导数。求导的同时还可平滑光谱，以降低求导产生的噪声。其最少平滑点数取决于求导的阶数。导数的阶越高，设置的点数应越多。最多允许25点。

8 1/cm <-> μm, nm Manipulate → 1/cm <-> μm, nm 

改变横坐标单位。

9 积分 Integration 

计算峰的面积和峰的高度。提供十八种积分方法。

10 归一化 Manipulate → Normalization

此功能是对谱图进行归一化处理和 Offset Correction。
选择要归一化的文件及频率范围，选择方法，点 Normalize。

有三种归一化方法：

（1） Min/Max Normalization --（最小/最大归一化）：谱图的最小值变为 0，Y 轴的最大值扩展到 2 个吸收单位。对透射光谱归一化到 0 到 1 的范围。

（2） Vector Normalization--（矢量归一化）：首先计算光谱的平均值，然后从谱图中减去平均值，因此谱图的中间下拉到 0；计算此时所有 Y 值的平方和的平方根。原谱图除以此平方根值。经过这样处理的谱图，其矢量模方为 1。

（3） Offset Correction—平移谱图，使最小 Y 值移至吸光值为 0。

11. 气氛补偿 Manipulate → Atomspheric Compensation

测量背景或样品谱时，光路中H_2O/CO_2的浓度的不同会造成H_2O/CO_2谱带的强度变化。气氛补偿功能可以消除比率光谱图中H_2O/CO_2的干扰。

要进行气氛补偿的图谱文件，除了吸收（或透射）数据块外，还应包含 Single Channel Sample Block 和 Single Channel Background Block（测试前应在 Measure→Advanced Measurement 中，加选 single Channel 和 Background 这二项数据块加以保存）。

选择Manipulate → Atomspheric Compensation，将要处理谱图的Single Channel Sample Block 和single Channel Reference Block 分别拖入相应的区域，选中H_2O Compensation 和CO_2 Compensation，点Calculate 。

（六）打印和拷盘

1. 打印谱图 Print → Print Spectra

选择要打印的光谱图和有关数据块（如峰位数据块）

点Change Layout，选择图谱打印模板。常用的模板是：

Landscape-1， A4纸，一个光谱框，横打；

Portrait-2, A4纸，二个光谱框，竖打

Portrait-3, A4纸，三个光谱框，竖打

在Frequency Range中设置谱图打印区间；

在Options中，可选择Auto scale to all spectra ，将所有要打印的谱图均放大显示。另外，光谱的X轴默认的是线性坐标，若要使用压缩坐标，可选择Use Compressed Wavenumbers，2000 cm-1 以上的横坐标将压缩二倍。

需要注意的是：如果图谱打印模板包括一个以上光谱框，如Portrait-3, 一张A4纸上打印三张独立的光谱图。这时,每个光谱框内要打印的谱图都要分别进行选择。选择方法为：在Frame下拉框中选择光谱框名称，在文件选择中选择要打印在此光谱框内的文件。依次操作，给每个光谱框中都选择好要打印的光谱图。

设置过程中可随时点击 Preview 进行预览。 待预览无误后，再点Print进行打印。

2. 数据拷盘 File → Save File As

将图谱文件转化为数据文件后直接拷盘。须使用新软盘。

在 Select File 页中，选择要保存的文件，输入另存路径 A\（或在 Change Path 选择）和文件名。

在 Mode 页选择 Date Point Table。

点 Save 完成。

八．衰减全反射附件介绍

（一）原理和特点

衰减全反射光谱(Attenuated Total Reflection Spectra 简称 ATR)又叫内反射光谱(Internal Reflection Spectra)。发生全反射须具备两个条件：光从光密介质进入光疏介质时才可能发生全反射；入射角要大于临界角。全反射现象不完全是在两种介质的界面上进行的，部分光束要进入到光疏介质一段距离后才反射回来。透入到光疏介质的光束，其强度随透入深度的增加按指数规律衰减。

ATR 谱具有以下特点：

(1) 红外辐射通过穿透样品与样品发生相互作用而产生吸收，因此 ATR 谱具有透射吸收谱的特性和形状，但由于不同波数区间 ATR 技术灵敏度不同，因此，ATR 谱吸收峰相对强度与透射谱相比较并不完全一致。

(2) 非破坏性分析方法，能够保持原进行测定。

（二）测试

1．ATR 附件的安装和调节

(1) 通过调节干涉仪选择光谱仪的能量。

(2) 用两个固定旋钮将 ATR 附件安装到光谱仪上。

(3) 仔细调节附件与光谱仪激光输出的相对位置，以获得最大输出。

(4) 用固定旋钮将 ATR 附件固定。

2．样品的准备

红外吸收谱是将样品与无样品在晶体上的背景光扣除得到。注意要保证样品完全覆盖晶体表面。由于 ATR 晶体是由 ZnSe 构成，易碎，易划伤。即使是轻微的划痕也会导致信号输出的减小。因此清洗时需使用温和的清洗剂，如乙醇、丙酮或水。

固体样品和粉末样品直接置于 ATR 晶体上，用附带的固定夹压紧。压紧时用金属销向下拧紧，以保证样品与晶体的紧密接触。

液体样品适用于低粘度的液体。粘性液体要保证完全铺展在晶体表面。

2． 谱图扫描及数据处理与一般红外谱相同。